PAT-NO:

JP407324199A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 07324199 A

TITLE:

CLEANING COMPOSITION AND METHOD FOR

CLEANING

SEMICONDUCTOR SUBSTRATE USING SAME

PUBN-DATE:

December 12, 1995

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SAKO, NAOKI

WATANABE, MASAYUKI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MITSUBISHI CHEM CORP

N/A

APPL-NO:

JP07067983

APPL-DATE:

March 27, 1995

INT-CL (IPC): C11D007/32, C11D007/34, H01L021/304,

H01L021/308

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a safe cleaning compsn. which exerts a high cleaning

power on stains, such as those due to a metal or particles, without degrading

electrical characteristics by compounding an electrolytic ionic water with a

9/2/2005, EAST Version: 2.0.1.4

complexing agent and, if necessary, a dispersant.

CONSTITUTION: A cleaning compsn. contains an electrolytic ionic water obtd.

by electrolyzing water [an acidic water having a strong oxidizing power and

formed on the anode side or an alkaline water having a strong reducing power

and formed on the cathode side, both being formed by installing a porous

partition film at the center of a water vessel filled with water, immersing the

electrodes in both sides of the partition, and applying a voltage (usually

2-10V) to conduct electrolysis], a complexing agent (one which forms a complex

with a metal which degrades electrical characteristics, pref. a combination of

at least two complexing agents including a first component which forms a highly

water-sol. complex and a second component which forms a complex specifically

with a metal with a high electronegativity), and, if necessary, a dispersant.

The compsn. can completely remove stains on a substrate at low temps. without degrading electrical characteristics.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

9/2/2005, EAST Version: 2.0.1.4

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公園番号

特開平7-324199

(43)公開日 平成7年(1995)12月12日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	宁内整理番号	FΙ	技術表示箇所
C11D 7/32				
7/34			•	
HO1L 21/304	341 L			
	M			
21/308	G			
			农葡查客	未請求 請求項の数8 OL (全 8 頁)
(21)出顧番号	特顧平7-67983		(71)出顧人	000005968
(, ,,				三菱化学株式会社
(22)出顧日	平成7年(1995)3月2	7日	1	東京都千代田区丸の内二丁目5番2号
,			(72)発明者	迫 直樹
(31)優先権主張番号	特顧平6-68618			北九州市八幡西区黒崎城石1番1号 三菱
(32)優先日	平6(1994)4月6日			化学株式会社黑崎事業所内
(33) 優先權主張国	日本(JP)		(72)発明者	渡辺 真之
				神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地
				三菱化学株式会社横浜総合研究所内
			(74)代理人	弁理士 長谷川 鳴司
	•			

(54) 【発明の名称】 洗浄組成物およびそれを用いた半導体基板の洗浄方法

(57)【要約】

【構成】 水を電気分解してなる電解イオン水と鉛化剤 (例えば、生成する鉛体の水溶性が高い鉛化剤と、電気 陰性度の高い金属に対して鉛形成する鉛化剤とからな る)0.01~2重量%及び/又は分散剤0.01~1 重量%とを含む洗浄組成物。

【効果】 錯化剤と分散剤の効果により、酸性水、アルカリ性水の双方で金属、パーティクル等の汚染に対して非常に良好な洗浄力を発揮するため、半導体の電気特性の劣化を引き起こすことがない。また、安全でかつ、廃水処理コストも大幅に低減できる。

9/2/2005. EAST Version: 2.0.1.4

【特許請求の範囲】

【請求項1】水を電気分解してなる電解イオン水と錯化 剤とを含むことを特徴とする洗浄組成物。

【請求項2】水を電気分解してなる電解イオン水と錯化 剤および分散剤とを含むことを特徴とする洗浄組成物。

【請求項3】錯化剤の含有量が0.01~2重量%であ る請求項1又は2に記載の洗浄組成物。

【請求項4】錯化剤が、生成する錯体の水溶性が高い錯 化剤と、電気陰性度の高い金属に対して錯形成する錯化 か1つに記載の洗浄組成物。

【請求項5】水を電気分解してなる電解イオン水と分散 剤とを含むことを特徴とする洗浄組成物。

【請求項6】分散剤の含有量が0.01~1重量%であ る請求項2~5のいずれか1つに記載された洗浄組成 物。

【請求項7】電解イオン水が、電気陰性度の高い金属に 対して錯形成する錯化剤によって処理されていることを 特徴とする、請求項1~6のいずれか1つに記載の洗浄

【請求項8】半導体基板を、請求項1~7のいずれか1 つに記載の洗浄組成物を用いて洗浄することを特徴とす る半導体基板の洗浄方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、電解イオン水と錯化剤 及び/又は分散剤とからなる洗浄組成物と、それを用い た半導体基板の洗浄方法に関するものである。

[0002]

【従来の技術】集積回路等に代表される微細加工技術 は、近年益々その加工精度を向上させており、ダイナミ ックランダムアクセスメモリー (DRAM) を例にとれ ば、現在では、デザインルールとしてサブミクロンの加 工技術が大量生産レベルの技術として確立されている。 【0003】こういった微細パターンにおいては、基板 上に存在する汚染が加工精度ひいては歩留まりに重大な 悪影響を及ぼすため、エッチングやイオン注入等の各工 程では、硫酸、塩酸、アンモニア、過酸化水素等の洗浄 剤を用いて、こうした汚染を除去して使用するのが通例 である。集積回路等の集積度が向上するに伴い、パター 40 ンの微細化、凹凸の複雑化も相まって洗浄工程に要求さ れる汚染の除去レベルに対してもより厳しい要求がなさ れてきている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】硫酸、塩酸に代表され る酸性洗浄液、または、アンモニアに代表されるアルカ リ性洗浄液は、通常高温で使用されるため、洗浄効果は 高いが、薬液の危険性、腐食性等により洗浄装置に及ぼ す負担が大きい。また、洗浄後の廃液処理にも莫大なコ ストが掛かるという問題点がある.

【0005】これらの問題を解決するため、水を電気分 解してなる電解イオン水を用いて、半導体基板を洗浄す る方法が提案されている(特開平6-260480号公 報)、この方法によれば、陽極側の酸化性の強い酸性水 と、陰極側の還元性の強いアルカリ性水の使い分けによ り、ウエハ上の汚染が洗浄される。また、処理温度もち 0~70℃と比較的低温で扱いやすい。

【0006】しかしながら、これらのものを使用して洗 浄しても、洗浄力が十分でなく若干量の残留物が残るた 剤とからなることを特徴とする、請求項1~3のいずれ 10 め、半導体の電気特性を劣化させ、ひいては歩留まりの 低下につながる等の問題点がある。本発明の目的は、前 記の背景に鑑み、既に提案されている電解イオン水の特 性を改良し、低温で基板上の汚染を完全に除去できて電 気特性の劣化を引き起こすこともなく、かつ安全で廃液 処理も容易な洗浄組成物と、それを用いた半導体基板の 洗浄方法を提供することにある。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上述の如 き問題点を解決するために種々検討を重ねた結果、水を 電気分解してなる電解イオン水に特定の添加剤を添加す 20 ると、基板上の汚染が完全に除去され、電気特性の劣化 が起きないことを見いだし、本発明に到達した。

【0008】すなわち、本発明の要旨は、水を電気分解 してなる電解イオン水と錯化剤及び/又は分散剤とを含 むことを特徴とする洗浄組成物、並びに、該洗浄組成物 を用いて半導体基板を洗浄することを特徴とする半導体 基板の洗浄方法に存する。以下、本発明を詳細に説明す る。本発明における電解イオン水とは、電解槽に水(純 水)を満たし、その中央に多孔質の膜状の隔壁を設置し て、両側に電極を浸して電圧を印加し、電気分解を行 い、陽極側に生成する酸化力の強い酸性水もしくは陰極 側に生成する還元力の強いアルカリ性水を抜き出して用 いるものである。

【0009】電極としては、金属の溶出の少ない白金等 の貴金属電極が用いられるが、その他高純度炭素電極を 用いてもよい。電気分解に際して、電圧は通常2~10 Vであり、また、分解時間には特に限定はなく適当な時 間行われるが、好ましくは、0.5~2時間である。上 記時間より短すぎると電解が十分でなく、長すぎても効 果が上がらず意味がない。

【0010】また、水の比抵抗が大きく、電流が十分に 流れない場合には、水に支持電解質を添加する。本発明 の好ましい態様の一つとして、超純水に支持電解質を添 加する方法が挙げられる。支持電解質としては、電離度 の高い電解質が用いられる。また、金属イオンを含む電 解質は、電解質の金属イオンが半導体基板の汚染源とな る場合があるので好ましくない。支持電解質の具体例と して、硝酸アンモニウム、酢酸アンモニウム、塩化アン モニウム等が挙げられ、特に塩化アンモニウムが好まし 50 い。支持電解質の添加量としては通常、5mmo1/1

が用いられる。

·以下であり、好ましくは1~5mmol/1である。 【0011】本発明における錯化剤は、電気特性の劣化 を引き起こす金属に対して錯形成するものが選ばれる。 このような錯化剤としては例えば、エチレンジアミンー N. N. N', N'-四酢酸(EDTA)ニアンモニウ ム塩、ジエチレントリアミン−N, N, N', N", N"-五酢酸 (DTPA)、トリエチレンテトラミン-N, N, N', N", N''', N'''- 六酢酸(TTH A)、エチレンジアミン-N, N'-二酢酸(EDD A) 、エチレンジアミン-N, N'-二プロピオン酸二 10 塩酸塩(EDDP)等のアミノポリカルボン酸系キレー ト剤、3-フェニル-5-メルカプト-1,3,4-チ アジアゾールー2ーチオンアンモニウム塩等のキレート 剤、エチレンジアミン-N,N,N',N'-テトラキ ス (メチレンホスホン酸) (EDTPO)、ニトリロト リス (メチレンホスホン酸) 三アンモニウム塩 (NTP O) 等のホスホン酸系キレート剤、トリポリリン酸等の **縮合リン酸系化合物もしくは塩酸等の、錯形成能の高い** イオンを有する錯化剤、あるいは、3-フェニル-5-メルカプトー1, 3, 4ーチアジアゾールー2ーチオン 20 アンモニウム塩等の電気陰性度の高い金属に対して特異 的に錯形成する錯化剤、等が挙げられる。

【0012】錯化剤の添加量としては、通常、0.01 ~2重量%であり、好ましくは0.05~0.5重量% である。上記添加量より少なすぎると錯形成作用に乏し く、多すぎても、それ以上の効果が得られず、むしろ、 半導体基板表面等の被洗浄物を汚染する恐れがあり好ま しくない。

【0013】また、本発明においては、錯化剤を2種類 ては水溶性の高い錯体を生成するもの、また、第2成分 としては電極材料に用いられるような電気陰性度の高い 金属に対して特異的に錯形成するものを添加するのがよ い。すなわち、第1成分としては、EDTAニアンモニ ウム塩、DTPA、TTHA、EDDA、EDDP等の アミノカルボン酸系キレート剤、EDTPO、NTPO 等のホスホン酸系キレート剤、トリポリリン酸等の縮合 リン酸又はその塩、もしくは塩酸等の、金属に対して錯 形成する陰イオンを有する錯化剤が挙げられ、第2成分 としては、電気陰性度の高い金属に対して特異的に錯形 40 成するもの、すなわち、3-フェニル-5-メルカプト -1, 3, 4-チアジアゾール-2-チオンアンモニウ ム塩等が挙げられる.

【0014】これらの添加量としては、第1成分、第2 成分ともに、通常、各々0.01~1重量%であり、好 ましくは0.05~0.5重量%である。上記添加量よ り少なすぎると錯形成作用に乏しく、多すぎても、それ 以上の効果は得られず、むしろ、半導体基板表面を汚染 する恐れがあり都合が悪い。

【0015】また、本発明において、錯化剤の第2成分 50 どちらで洗浄しても電気特性を劣化させていたと推定さ

として電極材料に用いられるような電気陰性度の高い金 属に対して特異的に錯形成する錯化剤を用いる場合は、 これを電解イオン水に添加する代わりに、電解イオン水 として上記錯化剤で処理したものを用いることとしても よい。このような処理方法としては、例えば、電気陰性 度の高い金属に対して特異的に錯形成する錯化剤で満た されたカラム内に上記電解イオン水を通液する等の方法

4

【0016】本発明における分散剤としては、周知の界 面活性剤が挙げられ、特に本発明の効果の上からアニオ ン系界面活性剤が好ましい。このようなアニオン系界面 活性剤としては、ラウリル硫酸エステルアンモニウム 塩、アルキルベンゼンスルホン酸アンモニウム塩等の炭 化水素系界面活性剤や、ペルフルオロアルキルスルホン 酸等のフッ素系界面活性剤、あるいは縮合リン酸系の界 面活性剤等が挙げられる。

【0017】このような分散剤が好ましく用いられる理 由は、未だ明らかではなく、それぞれの分散剤が優れた 洗浄能力を付与する役割を果たしているが、その中でも 炭化水素系界面活性剤は特に洗浄後の残留物が電気特性 に与える影響が少なく、フッ素系界面活性剤は長時間の 安定性に優れている。また、縮合リン酸は、洗浄後の残 留物が少なく好ましい。

【0018】分散剤の添加量としては、通常、0.01 ~1 重量%であり、好ましくは0.05~0.5重量% である。上記添加量より少なすぎると分散作用に乏し く、多すぎても、それ以上の効果は得られず、むしろ半 導体基板表面を汚染する恐れがあり好ましくない。

【0019】本発明は、錯化剤又は分散剤のいずれか一 以上併用して添加する方がなお好ましく、第1成分とし 30 方のみを添加すればよいが、より好ましくは錯化剤及び 分散剤を併用する。併用する場合には、錯化剤、分散剤 は、適当な組合せで添加されるが、反応して不溶物を作 るような組合せは避けるのが好ましい。

> 【0020】本発明の洗浄組成物の調製方法としては、 特に制限はなく、水を電気分解する前に錯化剤と分散剤 を添加する方法、水を電気分解した後に錯化剤と分散剤 を添加する方法のいずれでもよい。尚、本発明における 電解イオン水、錯化剤、分散剤は半導体製造工程で使用 されるものであるから、高純度のものが使用される。

【0021】本発明の洗浄組成物が良好な効果を発揮す る原因については、未だ明らかではないが、従来の電解 イオン水による洗浄の場合には、酸性水中ではシリコン ウエハとパーティクルの帯電が正負異なるため静電気力 が生じてパーティクルが付着しやすくなり、また、金属 についても、電解イオン水中の活性種が従来の酸洗浄法 に比べて少なく、汚染が激しい場合には十分に洗浄しき れず残留するために洗浄が不十分となり、また、アルカ リ性水の場合では、特に金属が水酸化物を形成しやすく ウエハ表面に残留しやすいために洗浄が不十分となり、

れる。また、電極材料として用いられる白金等の貴金属 の溶出もウエハに悪影響を及ぼしていたと考えられる。 すなわち、本発明の洗浄組成物においては、このような 問題点をすべて解決しているため、優れた洗浄効果を発 揮するものと推定される。

【0022】本発明における洗浄方法としては、洗浄液による湿式洗浄であるから、液を直接、半導体基板に接触させる方法が用いられる。このような洗浄方法としては、洗浄槽に洗浄液を満たして半導体基板を浸漬させるディップ式クリーニング、半導体基板上に洗浄液を満下して高速回転させるスピン式クリーニング等が挙げられる。本発明においては、上記洗浄方法のうち適当なものが用いられるが、好ましくは洗浄槽に洗浄液を満たして半導体基板を浸漬させるディップ式クリーニングが用いられる。

【0023】また、洗浄液の温度としては、適当な温度に設定されるが、通常は10~80℃の範囲であり、加温洗浄液として用いる場合には、好ましくは、30~80℃であり、より好ましくは50~70℃である。上記 20温度より低すぎると洗浄効果が十分でなく、高すぎると洗浄液が揮散してしまい好ましくない。

6

【0024】洗浄時間についても、特に制限はなく適当な時間洗浄されるが、好ましくは3~20分、より好ましくは5~15分である。上記時間より短すぎると洗浄効果が十分でなく、長すぎるとスループットが悪くなるだけで、洗浄効果は上がらず意味がない。また、洗浄の際には、物理力による洗浄方法と併用させてもよい。このような物理力による洗浄方法としては、例えば、超音波洗浄、洗浄ブラシを用いた機械的洗浄等が挙げられる。

0 [0025]

【実施例】次に実施例を用いて、本発明の具体的態様を 説明するが、本発明はその要旨を越えない限り以下の実 施例により何ら限定されるものではない。

〈参考例-1:洗浄組成物の調製〉超純水に酢酸アンモニウムを0.015重量%添加し、これを白金電極を用いて5Vの電圧で2時間電気分解した後、酸性水、アルカリ性水を抜き出し、表-1に示す錯化剤もしくは分散剤を、同じく表-1に記載の割合で添加した。このようにして洗浄組成物A~P(内Pは比較例用)を得た。尚、更に比較のためQ、R、Sを調製した。

[0026]

【表1】

表-1

	錯化剂1	řběx	錯化剤 2	分攸刺	Fig. 8	
. A	EDTALTY#=94#	0. 1		ラタリル信息エステルアンモニウム塩	0.1	
В	EDTAT778=948	0. 1	·	てかもかべ、ンセ、ソスかフェン位フンモニウムを	0.1	
С	EDTAITY #1948	0. I	3-フェニル-5- メルカナト-1.3.	∧* −7ルオロアルキルスルフォン量アンモニウム塩	0.1	
D	EDDA	0. 1	4-デアジアゾール- 2-デオンアンモニウ アルキルヘ、フセ、ソスルフェン使アンモニリル意 ム 塩		0.1	
E	EDTPO	0.1	0.1%	ラウリル協康エステルアンモニウム塩	0.1	
F	EDTPO	0. 1		アルキルヘ・ソセ・ソスルフォン量アンモニウム型	0.1	
G	EDTPO	0. 1		^*−7ルオロアルキルスルフォン酸アンモニウム塩	0. 1	
Н	TTHA	0. 1	•	てかキルペーンセーソスルフォン度アンモニウム包	0. i	
I	EDTAニアンモニウム塩	0.1	•	#hel	0	
J	EDDA	0. į		事加老式	0	
к	EDTPO	0. L		£P41	0	
L	AHTT	0. 1		Bhes	0. l	
М	Eher	Ö	Bhef	ラウリル収録エステルアンモニウム社	0.1	
N	Khtī	0 .	first	アルキルヘーンセーンスルフェン東アンモニウム年	0. l	
0	BBET	0	Bhif	ハーフがオロアルキルスルフェンをアンモニウムセ	0. 1	
Р	¥heT	0	\$htf	#bet	0	
Q	HF (漁度1wt%)					
R	NH+OH(30wt%): H+O+(30wt%): H+O=1:1:5 (体積比)					
S	H:SO4(97wt%): H:O:(30wt%)=4:1 (体額比)					

【0027】〈実施例-1~12〉参考例-1で得られ た洗浄組成物を洗浄槽内に満たし、65°Cに加熱したと ころに金属で汚染させた半導体基板を10分間浸漬し、 次いで純水で5分間リンスした後乾燥させた。その後、 該半導体基板表面の金属をフッ酸0.1%と過酸化水素 1%の混合液で回収し、フレームレス原子吸光法により 該金属量を測定し、表面濃度に換算した。表-2に実験*50 【0029】

* 結果、および洗浄前の金属量を示す。

【0028】洗浄に用いた半導体基板としては、5イン チウエハを用い、金属としてFe、Cu、A1で汚染さ せたものを用意した。また、実施例-8の場合は、洗浄 組成物を加熱せずに20℃で行った場合も、実施例-8 と同様な効果が得られた。

【表2】

安 – 2

	洗浄故		残留金属量 (xi0*atom/ca*)			
			Fe	Cu	Al	Pt
奥施例-1	*	酸性水	4	.(3	(5	(5
		TASSES	(4	<3	(5	<5
实施例-2	В	微性水	(4	<8	(5	(5
		TABPES	<4	<3	₹5	<5
実証例-8	С	酸性水	<4	<8	<5	(5
		TA放作技术	4	<3	(5	<5
実施例-4	D	酸性水	.44	<8	(5	₹5
	ł	7427年本	<4	<3	(5	₹5
实施例-5	E	酸性水	<4	<3	(5	₹5
i i		700984	44	(3	(5	<\$
实施例 - 6	F	微性水	44	<8	(5	<5
		Tabille	<4	(3	< 5	<5
实施例-7	G	微性水	<4	(3	₹5	<5
	}	TABSES	<4	<3	₹5	<5
实施例-8	н	微性水	44	(3	₹5	<5
l		了自由引動車	<4	⟨\$. (5	<5
実施例-9	1	酸性水	44	(3	(5	₹5
	ŀ	704983	<4	(3	40	₹\$
实施例-10	J	酸性水	(4	<3	(5	<5
		TABUES	(4	<3	50	<\$
实施例-11	ĸ	酸性水	(4	<3	₹5	<5
		7449数数	(4	(3	50	<5
实施例-12	L	酸性水	<4	(3	₹5	< 5
	İ	TABURS	<4	(3	₹5	(5
洗	洗净们			4000	5000	(5

10

- *【0030】〈実施例-13~23〉参考例1で得られた洗浄組成物を洗浄槽内に満たし、65℃に加熱したところに、0.3μmPSL(ポリスチレンラテックス) 球を1000個程度付着させた半導体基板を10分間浸漬し、次いで純水で5分間リンスした後乾燥させた。その後、該半導体基板上に残留したパーティクル数をレーザー散乱方式によるパーティクルカウンターで測定した。表-3に実験結果、および洗浄前のパーティクル量を示す。
- 10 【0031】洗浄に用いた半導体基板としては、5インチウエハを用いた。また、実施例-20の場合は、洗浄組成物を加熱せずに20℃で行った場合も実施例-20と同様な効果が得られた。

【0032】 【表3】

20

剪 - 3

	洗券推		洗金パーティクル量 (個/5インチウエハ)		
实施例-13	A	酸性水	3 6		
·		TANTES	1 5		
実施例-14	В	酸性水	. 24		
l		7037在8	18		
実施例-15	C	酸性水	3 9		
		704984	2 0		
実施併-16	Ď	酸性水	2 9		
		794924	17		
突旋例-17	Ε	酸性水	3 0		
		7000円数本	19		
実施例~18	F	酸性水	4 1		
		70岁9数	2 2		
实施例 - 19	G	酸性水	4 4		
		702588	3 0		
赛施例-20	H	酸性水	5 5		
		7##9 E #	3 0		
実施的-21	M	政性水	8 1		
		7#3922	18		
実施例-22	·N	酸性水	3 2		
		703984	15		
卖施例→23	0	酸性水	3 8		
		7#49E4	. 26		
ŏ	e in th		1 0 5 7		

【0033】〈比較例-1〉比較例として、実施例と同※50※様の方法で、P、Q、R、Sの洗浄液を用いて汚染残留

量を測定したところ、P、Rについては、特に金属の残 留量が多く、Q、Sについては特にパーティクルの残留 量が多く、電気特性を著しく劣化させた。尚、Q、R、 Sについては、洗浄槽の温度は各々25℃(Q)、80 ℃(R)、130℃(S)とした。

【0034】〈参考例-2〉超純水に塩化アンモニウム を0.015重量%添加し、これを白金電極を用いて5* * Vの電圧で2時間電気分解した後、酸性水を抜き出し、 表-4に示す錯化剤もしくは分散剤を、同じく表-4に 記載の割合で添加した。このようにして洗浄組成物T~ Y(内Yは比較例用)を得た。

12

[0035] 【表4】

	錯化剂1	Rick	蟾化剤 2	分散剤	Boex
T	EDTPO	0. l		アルキルヘーンセーンスかフォン電インモニウム塩	0.1
υ	TTHA	0.1	3-7ェニルー5- メルカプト-1. 3.	アルキルペーンと「ソスルフェン量アンモニウム塩	0.1
v	EDTPO	0. 1	4-f7ジ7y-1- 2-ft>7>t=0 1-塩 ・ 0.1%	Matt	0
w	TTRA	0.1	1.	Ehef	0
х	sues	0	#bet	てかもかへ、ンセ、ンスかフォン酸てンモニウム質	0. 1
Y	Ener	0	Ener	šht?	0

【0036】〈実施例-24~33及び比較例-2~ 水を洗浄槽内に満たし、65℃に加熱したところに、 0.3 mm PS L球を10000個程度と大量(~10 14atoms/cm2)の金属(Fe, Cu, Al)の両方を付 着させた半導体基板を10分間浸漬し、次いで純水で5 分間リンスした後乾燥させた。その後、該半導体基板上 に残留したパーティクル数をレーザー散乱方式によるパ ーティクルカウンターで測定し、次いで該半導体基板表※

※面の金属をフッ酸0.1%と過酸化水素1%の混合液で 3〉参考例-1及び2で得られた洗浄組成物の内、酸性 30 回収し、フレームレス原子吸光法により該金属量を測定 し、表面濃度に換算した。表一5に実験結果、および洗 浄前のパーティクル量及び金属量を示す。また、実施例 -30の場合は、洗浄組成物を加熱せずに20℃で行っ た場合も実施例-30と同様な効果が得られた。

[0037]

【表5】

	洗净液	残宜パーティクル量 (偏/5 インチウエハ)		與留金风量 (x10°atom/cm°)		
			Fe	Cu	^	Pt
实施例 - 2 4	F	7 7	<4	10	30	(5
实施例-25	н	5 9	<4	. 10	<5	<5
実施例-28	к	9882	<4	10	400	<5
实施例-27	L	9640	<4	10	<5	₹5
突進例-28	N	8 4	200	400	600	20
实施例 - 29	т	6.9	4	(3	20	<5
実施例-80	บ	70	<4	. <8	<5	₹5
実施例-31	V	9655	<4	(3	40	<5
疾旋例-32	w	9554	(4	(3	<5	<5
实施例-33	х	7 1	30	60	100	10
比較例 - 2	P	9847	200	500	1000	20
比較例-3	Y	9901	30	80	200	10
洗净有	<u> </u>	10000	100000	70000	90000	(5

[0038]

【発明の効果】本発明の洗浄組成物は、電解イオン水と 錯化剤及び/又は分散剤との効果により、酸性水、アル 20 水処理コストも大幅に低減できるため、高集積回路の工 カリ性水の双方で金属、パーティクル等の汚染に対して*

* 非常に良好な洗浄力を発揮するため、半導体の電気特性 の劣化を引き起こすことがない。また、安全でかつ、廃 業生産上利するところ大である。

14

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:
☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.